

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

L5 ANSWER 31 OF 32 CAPLUS COPYRIGHT 2000 ACS  
 ACCESSION NUMBER: 1978:411963 CAPLUS  
 DOCUMENT NUMBER: 89:11963  
 TITLE: Improved alkaline blonding mixture containing  
 hydrogen

**peroxide-persulfate**  
 INVENTOR(S): Busch, Peter; Lohmann, Erika  
 PATENT ASSIGNEE(S): Henkel und Cie. G.m.b.H., Ger.  
 SOURCE: Ger. Offen., 8 pp.  
 CODEN: GWXXBX  
 DOCUMENT TYPE: Patent  
 LANGUAGE: German  
 FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1  
 PATENT INFORMATION:

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
DE 2624690	A1	19771229	DE 1976-2624690	19760602
DE 2624690	C2	19860213		
FI 7701510	A	19771203	FI 1977-1510	19770512
FI 66292	B	19840629		
FI 66292	C	19841010		
DK 7702093	A	19771203	DK 1977-2093	19770512
DK 146674	B	19831205		
DK 146674	C	19840514		
SE 7705588	A	19771203	SE 1977-5588	19770512
SE 431399	B	19840206		
SE 431399	C	19840517		
NL 7705268	A	19771206	NL 1977-5268	19770512
BE 855270	A1	19771201	BE 1977-178089	19770601
AT 7703863	A	19780415	AT 1977-3863	19770601
AT 347040	B	19781211		
GB 1554331	A	19791017	GB 1977-23191	19770601
CH 627644	A	19820129	CH 1977-6729	19770601
			DE 1976-2624690	19760602

PRIORITY APPLN. INFO.:

- AB Brilliant blue R 28032 (I) [6505-30-2] and (1,5-bis(4-methyl-2-sulfophenylamino)anthraquinone (II) [6408-63-5] are used from 1:9 to 9:1 ratio for **hair** bleaching in alk. **hair** preps. contg. a mixt. of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and **persulfates**. For example, a cream comprised cetylstearyl alc. 11.0, lauryl sulfate 12.0, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1.0, I 0.06, II 0.03, conc. NH<sub>3</sub> 14.0, perfume 1.0, and H<sub>2</sub>O 60.7 parts. A bleaching mixt. was prepd. from 50 g of this cream by mixing with 50 g 6% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> soln. and 14 g ammonium **persulfate**. The cream was applied to **hair** ranging from dark blond to black and left on the **hair** for 30 min. Then the **hair** was washed with H<sub>2</sub>O and dried. The resulting **color** was platinum blond free of red or yellow shades.
- TI Improved alkaline blonding mixture containing hydrogen **peroxide-persulfate**
- AB Brilliant blue R 28032 (I) [6505-30-2] and (1,5-bis(4-methyl-2-sulfophenylamino)anthraquinone (II) [6408-63-5] are used from 1:9 to 9:1 ratio for **hair** bleaching in alk. **hair** preps. contg. a mixt. of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and **persulfates**. For example, a cream comprised cetylstearyl alc. 11.0, lauryl sulfate 12.0, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1.0, I 0.06, II 0.03, conc. NH<sub>3</sub> 14.0, perfume 1.0, and H<sub>2</sub>O 60.7 parts. A bleaching mixt. was prepd. from 50 g of this cream by mixing with 50 g 6% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> soln. and 14 g ammonium **persulfate**. The cream was applied to **hair** ranging from dark blond to black and left on the **hair** for 30 min. Then the **hair** was washed with H<sub>2</sub>O and dried. The

resulting color was platinum blond free of red or yellow shades.  
ST hair bleach **peroxide persulfate**; dye  
hair bleach **peroxide**  
IT Hair preparations  
(blonding compns., **peroxide** and **persulfates** and  
**dyes** in)  
IT 6408-63-5 6505-30-2  
RL: BIOL (Biological study)  
(hair blonding agents contg. **peroxide** and  
**persulfate** and)  
IT 7727-21-1 7727-54-0  
RL: BIOL (Biological study)  
(hair blonding compns. contg. **dyes** and  
**peroxide** and)  
IT 7722-84-1, biological studies  
RL: BIOL (Biological study)  
(hair blonding compns. contg. **dyes** and  
**persulfates** and)

51

Int. Cl. 2:

**A 61 K 7/135**

19 **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

**DEUTSCHES**



**PATENTAMT**

**DT 26 24 690 A 1**

11

# **Offenlegungsschrift 26 24 690**

21

Aktenzeichen: P 26 24 690.2

22

Anmeldetag: 2. 6. 76

43

Offenlegungstag: 29. 12. 77

30

Unionspriorität:

32 33 31

54

Bezeichnung:

Verbesserte Wasserstoffperoxid-Persulfat-haltige alkalische  
Blondiermischungen

71

Anmelder:

Henkel & Cie GmbH, 4000 Düsseldorf

72

Erfinder:

Busch, Peter, Dipl.-Chem. Dr., 4006 Erkrath; Lohmann, Erika,  
4000 Düsseldorf

**DT 26 24 690 A 1**

2624690

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Alkalische Blondiermischungen auf Basis von Gemischen aus Wasserstoffperoxid und Persulfaten, gekennzeichnet durch einen Gehalt an (2'-Methyl-4'-(N-äthyl-N-m-sulfo-benzyl)-amino-4''-(N-diäthyl)-amino-2-methyl-N-äthyl-N-m-sulfo-benzyl-fuchsonimonium (Brillantblau R 28032 ex.conc., Colour-Index Nr. 42 735) und (1,5-Di-(4'-methyl-2'-sulfo-phenylamino)-anthrachinon (Fliederfarbe R 5283, Colour-Index Nr. 61 710).
2. Alkalische Blondiermischungen nach Beispiel 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie die Farbstoffe Brillantblau R 28032 ex.conc. und Fliederfarbe R 5283 in Gewichtsverhältnissen von 1 : 9 bis 9 : 1 enthalten.
3. Alkalische Blondiermischungen nach Beispiel 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis der Farbstoffe Brillantblau R 28032 ex.conc. zu Fliederfarbe R 5283 2 : 1 beträgt.
4. Alkalische Blondiermischungen nach Beispiel 1 - 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Gehalt an der Farbstoffkombination 0,015 bis 0,3 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,03 bis 0,12 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Blondiermischung, beträgt.

709852/0014

Düsseldorf, den 31. Mai 1976  
Henkelstraße 67

Henkel & Cie GmbH  
Patentabteilung  
Z/Pm.

2

2624690

P a t e n t a n m e l d u n g

D 5348

Verbesserte Wasserstoffperoxid-Persulfat-haltige  
alkalische Blondiermischungen

Gegenstand der Erfindung sind verbesserte Wasserstoffperoxid-Persulfat-haltige alkalische Blondiermischungen mit einem Gehalt an einem direktziehenden Blaufarbstoffgemisch.

Die Verwendung von wasserstoffperoxidhaltigen Zubereitungen zum Blondieren von Haaren ist allgemein bekannt. Durch die Zugabe von Persulfaten kann die Aufhellwirkung der wasserstoffperoxidhaltigen Zubereitungen noch beträchtlich verstärkt werden.

Da die natürlichen Farbpigmente des Haares, die die roten beziehungsweise gelben Farbtöne des Haares erzeugen, bei dem Blondiervorgang weniger leicht als die zu den Braun- bzw. Schwarztönen beitragenden Pigmente zerstört werden, kann nach dem Blondieren besonders von dunklerem Haar ein unerwünschter Rot- oder Gelbstich zurückbleiben. Diesem Übelstand kann durch die Verwendung von Blaufarbstoffen begegnet werden, die mit dem gelben oder roten Farbton des Haares eine für viele erstrebenswerte bräunliche oder platinblonde Farbe liefern. Dabei kann das Schönen des Haares mit dem Blaufarbstoff völlig problemlos in einem gesonderten Färbeverfahren erfolgen.

Da aber die Behandlung in einem gesonderten Färbeverfahren einen zusätzlichen Aufwand an Arbeit, Zeit und Kosten be-

709852/0014

- 2 -

3

2624690

deutet, war man bereits sehr früh bemüht, den besonderen Färbevorgang zu eliminieren und das Blondieren und Tönen in einen Arbeitsvorgang zu legen.

Wird bei dem Blondieren nur ein mittlerer Aufhellgrad gewünscht, so kann eine Blondiermischung verwendet werden, die nur alkalisches Wasserstoffperoxid ohne den Zusatz von Persulfat enthält. In diesem Fall lassen sich ohne Schwierigkeit eine ganze Reihe von direktziehenden Blaufarbstoffen in die Blondiermasse einarbeiten. Die Stabilität der meisten für die Haarfärbung üblichen Blaufarbstoffe ist ausreichend hoch, um von dieser Blondiermischung während des Blondiervorganges nicht zerstört zu werden.

Die gleiche Möglichkeit des Blondierens und Tönens in einem Arbeitsgang ist natürlich auch bei Verwendung einer sehr stark blondierenden Mischung von Wasserstoffperoxid und Persulfat erwünscht. Alle Bemühungen in dieser Hinsicht scheiterten jedoch an der Instabilität der bisher für Haarfärbzwecke verwendeten Blaufarbstoffe gegenüber der außerordentlich stark oxidierenden Mischung von Wasserstoffperoxid und Persulfat im alkalischen Milieu.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß alkalische Blondiermischungen auf Basis von Gemischen aus Wasserstoffperoxid und Persulfaten mit einem Gehalt an (2'-Methyl-4'-(N-äthyl-N-m-sulfobenzyl)-amino-4''-(N-diäthyl)-amino-2-methyl-N-äthyl-N-m-sulfobenzyl-fuchsonimonium (Brillantblau R 28032 ex. conc., Colour-Index Nr. 42 735) und (1,5-Di-(4'-methyl-2'-sulfophenylamino)-anthrachinon (Fliederfarbe R 5283, Colour-Index Nr. 61 710) die gestellten Anforderungen in hervorragender Weise erfüllen.

catonic  
↖

- 3 -

709852/0014

4

2624690

Eine derartige Farbstoffkombination bleibt in dem außerordentlich stark oxidierenden alkalischen Gemisch von Wasserstoffperoxid und Persulfat längere Zeit stabil, zieht gut auf das Haar auf und erweist sich somit für die Schönung des Haares bei der Bleichung mit einem Wasserstoffperoxid-Persulfat-Gemisch in einem Arbeitsgang als außerordentlich gut geeignet.

Der Anteil der beiden Farbstoffe Brillantblau R 28032 ex.conc. und Fliederfarbe R 5283 in dem Farbstoffgemisch kann je nach gewünschtem Tönungseffekt in weiten Grenzen in den Gewichtsverhältnissen von 1 : 9 bis 9 : 1 schwanken. Als günstigste Mischung zur Erreichung des ansprechendsten Effektes hat sich das Verhältnis von Brillantblau R 28032 ex.conc. zu Fliederfarbe R 5283 wie 2 : 1 erwiesen.

Die einzusetzende Menge der Farbstoffkombination beträgt im allgemeinen je nach gewünschtem Tönungseffekt zwischen 0,015 bis 0,3 Gewichtsprozent, bezogen auf die Blondiermischung. Bevorzugte Mengenverhältnisse, insbesondere bei dem Einsatz der Komponenten Brillantblau R 28032 ex.conc. und Fliederfarbe R 5283 im Verhältnis 2 : 1, sind 0,02 : 0,01 bis 0,08 : 0,04 Gewichtsprozent, bezogen auf die Blondiermischung.

Als bleichende Komponente enthalten die erfindungsgemäßen Blondiermischungen vorzugsweise Wasserstoffperoxid in einer Menge von 1 bis 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise 2 bis 6 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Blondiermischung. An die Stelle des Wasserstoffperoxids kann auch die entsprechende Menge einer beim Lösen in Wasser Wasserstoffperoxid freisetzenden Perverbindungen treten, wie z.B. die wasserlöslichen Alkalimetallperoxide, Erdalkalimetallperoxide, Harnstoffperoxid, Melaminperhydrat und andere.

- 4 -

709852/0014



2624690

Die Menge der ferner enthaltenen, als Bleichverstärker wirkenden Persulfate wie Ammoniumperoxidisulfat, Kaliumperoxidisulfat oder Natriumperoxidisulfat bewegt sich im allgemeinen in den Grenzen von 2 bis 45 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 bis 40 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Blondiermischung.

fillers

Um eine mühelose Handhabung zu gewährleisten, setzt man den Blondiermischungen zweckmäßig Verdickungsmittel zu, die den Produkten eine cremeartige Konsistenz verleihen. Dabei können die bisher für diesen Zweck üblichen Produkte, wie z.B. Calciumcarbonat, Magnesiumcarbonat, Talkum, Kaolin, Bentonit, Natriummetasilicat, Carboxymethylcellulose, höhere Fettalkohole, in Mengen von 1 - 8 Gewichtsprozent, bezogen auf die gesamte Blondiermischung, eingesetzt werden. Neben den Verdickungsmitteln kann man den Produkten noch Netzmittel, Lösungsmittel, Carbonat- oder Phosphatpuffer zur Stabilisierung des pH-Wertes, Duftstoffe in den üblichen Mengen zusetzen.

Die alkalische Einstellung der Blondiermischungen erfolgt vorzugsweise durch Ammoniak, kann aber auch durch andere basisch reagierende Verbindungen vorgenommen werden. Der pH-Wert der Mischungen wird auf Werte von etwa 8 - 11 eingestellt und sollte den Wert von 12 nicht überschreiten. Die Anwendung erfolgt in der üblichen Weise bei Temperaturen zwischen 10 und 40°C.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern, ohne ihn jedoch hierauf zu beschränken.

6

2624690

B e i s p i e l e

## 1) Blondiermischung auf Basis einer Creme.

Zunächst wird eine Creme aus folgenden Bestandteilen hergestellt:

Cetyl-Stearylalkohol	11,0 Gew. Teile
Laurylsulfat	12,0 " "
Ammoniumsulfat	1,0 " "
Brillantblau R 28032 ex. conc.	0,06 " "
Fliederfarbe R 5283	0,03 " "
<u>Ammoniak conc.</u>	14,0 " "
Parfümöl	1,0 " "
Wasser	60,7 " "

44% colorant  
44% developer  
12% persulfate

2.63% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Zur Herstellung der Blondiermischung werden 50 g vorgenannter Creme mit 50 g einer 6 %igen Wasserstoffperoxid-lösung und 14 g Ammoniumperoxidisulfat vermischt.

1.72%

Zum Blondieren wird diese Blondiermischung auf dunkelblondes bis schwarzes Haar aufgebracht und dort bei Raumtemperatur 30 Minuten belassen. Anschließend wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Selbstverständlich können im Anschluß an die Blondierung weitere Behandlungen des Haares vorgenommen werden. Das erfindungsgemäß gebleichte Haar zeigt keinerlei Rot- oder Gelbstich, sondern eine sehr ansprechende platinblonde Tönung.

## 2) Blondiermischung auf Basis eines Blondierpulvers.

Nachfolgend aufgeführte Bestandteile werden innig zu einem persulfathaltigen Bleichpulver vermischt:

- 6 -

709852/0014

2624690

Magnesiumoxid	40,0 Gew. Teile
Magnesiumcarbonat	19,55 " "
Kaliumperoxidisulfat	20,0 " "
Ammoniumperoxidisulfat	20,0 " "
Brillantblau R 28032 ex. conc.	0,3 " "
Fliederfarbe R 5283	0,15 " "

Zur Herstellung der Blondiermischung wird 1 Gewichtsteil des Pulvers mit 3 Gewichtsteilen einer 6 %igen Wasserstoffperoxidlösung vermischt.

Die Anwendung erfolgt analog den in Beispiel 1 gemachten Angaben und liefert gleichfalls ein silberblond gefärbtes Haar.

- 7 -

709852/0014